

**PREPARASI KOMPOSIT  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  DARI PASIR BESI BENGKULU  
DENGAN MENGGUNAKAN PELARUT ASAM SULFAT ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) UNTUK  
DEGRADASI RHODAMIN B**



**Disusun Oleh:**

**KHUSNAN FADLI NUR IKHSAN**

**M0311042**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan gelar**

**Sarjana Sains dalam bidang Ilmu Kimia**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS SEBELAS MARET**

**SURAKARTA**

**2015**

## HALAMAN PENGESAHAN

**Skripsi**  
**PREPARASI KOMPOSIT  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  DARI PASIR BESI BENGKULU**  
**DENGAN MENGGUNAKAN PALERUT ASAM SULFAT ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) UNTUK**  
**DEGRADASI *RHODAMINE B***

KHUSNAN FADLI NUR IKHSAN  
M0311042

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Edi Pramono, M.Si

Dr. Sayekti Wahyuningsih, M.Si

NIP. 19830918 200812 1003

NIP. 19711211 199702 2001

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari :

Tanggal :

Anggota Tim Penguji :

1. Dr. Desi Suci Handayani, M. Si.

1.....

NIP. 19721207 199903 2001

2. Teguh Endah Saraswati, M.Sc., Ph.D

2.....

NIP. 19790326 200501 2001

Disahkan oleh

Kepala Program Studi

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si.

NIP. 19730124 199903 2001

### **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “PREPARASI KOMPOSIT  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  DARI PASIR BESI BENGKULU DENGAN MENGGUNAKAN PELARUT ASAM SULFAT ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) UNTUK DEGRADASI RHODAMIN B” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Juni 2015

Khusnan Fadli Nur Ikhsan

**PREPARASI KOMPOSIT  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  DARI PASIR BESI BENGKULU  
DENGAN PELARUT ASAM SULFAT ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) UNTUK DEGRADASI  
*RHODAMINE B***

KHUSNAN FADLI NUR IKHSAN

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret

**ABSTRAK**

Telah dilakukan preparasi komposit  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  dari pasir besi asal Bengkulu Indonesia melalui rangkaian proses pemanggangan, pelarutan dan presipitasi. Pemanggangan dilakukan dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{S}$  dengan perbandingan 1:1; 1:1,5 dan 1:2 (b/b) pada suhu 800 °C. Analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) pasir besi Bengkulu sebelum pemanggangan menunjukkan bahwa pasir besi Bengkulu terdiri atas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematite) dan  $\text{TiO}_2$  sebesar 79,96% dan 10,53%. Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) pasir besi hasil pemanggangan menunjukkan terbentuknya fase  $\text{TiO}_2$  (rutile),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematite),  $\text{NaFeO}_2$ ,  $\text{NaFeS}_2$ ,  $\text{FeO}$  dan  $\text{Na}_2\text{TiO}_3$ . Proses pelarutan pasir besi dipengaruhi oleh konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan. Pelarutan pasir besi paling tinggi terjadi pada  $\text{H}_2\text{SO}_4$  7 N dengan persentase kelarutan pasir besi 95,10%. Analisis *Inductive Coupled plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) menunjukkan bahwa kandungan Fe dan Ti di dalam filtrat sebesar 10,8338 g/L dan 1,5372 g/L. Pengendapan kembali filtrat hasil pelarutan pasir besi ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  7N) memperoleh komposisi perbandingan  $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{TiO}_2$  sebesar 3,125:1 (mol/mol) pada pH 8-10. Aktivitas fotokatalitik komposit  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  menunjukkan bahwa komposit mampu mendegradasi Rhodamine B mencapai 57,73% selama waktu kontak 60 menit di bawah radiasi sinar visibel lampu wolfram 300 W.

Kata kunci : fotodegradasi,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , komposit  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$ , pasir besi, pelarutan, pemanggangan, rhodamine b.

**PREPARATION OF  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  COMPOSITE FROM BENGKULU IRON  
SAND USING SULFURIC ACID ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) SOLVENT FOR  
DEGRADATION OF RHODAMINE B**

KHUSNAN FADLI NUR IKHSAN

Department of Chemistry, Faculty of Mathematic and Science.  
Sebelas Maret University

**ABSTRACT**

Preparation of  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  composite from Bengkulu iron sand *via* roasting, leaching and precipitation treatment has been carried out. Roasting was performed by addition of sodium sulfide ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) in various weight ratio 1:1; 1:1.5 and 1:2 (w/w) at 800 °C. X-Ray Fluorescence (XRF) analysis shows Bengkulu iron sand contained hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) and titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) about 79.96% and 10.53%, respectively. X-Ray Diffraction (XRD) analysis of roasted iron sand shows rutile  $\text{TiO}_2$  phase,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{NaFeO}_2$ ,  $\text{NaFeS}_2$ ,  $\text{FeO}$  and  $\text{Na}_2\text{TiO}_3$ . Leaching process of roasted iron sand have influenced by concentrations of the  $\text{H}_2\text{SO}_4$  solution. The optimum iron sand dissolution occurred in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  7 N with percentage solubility of iron sand 95.10%. Inductive Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) analysis shows Fe and Ti molar content was 10,8338 g/L and 1.5372 g/L, respectively. Therefore, the content of  $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{TiO}_2$  in leaching filtrate was 3.125:1 (mol/mol) estimated at pH range of 8-10. Photocatalytic activities of  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  composite shows that Rhodamine B could be degraded up to 57.73% with 60 min contact times under visible irradiation with wolframe lamp 300 Watt.

Key words :  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  composite,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , iron sand, leaching,  $\text{Na}_2\text{S}$ , photodegradation, rhodamine b, roasting.

## **MOTTO**

“I have no special talent. I am only passionate curious” ~ Albert Einstein

“Allah akan meninggikan orang – orang yang beriman di antaramu dan orang – orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan” – Q.S. Al Mujadilah 11

## **PERSEMBAHAN**

Kepada mereka yang telah berjasa dalam kehidupanku, kepada mereka aku persembahkan hasil keringat dan kerja kerasku ini sebuah skripsi yang akan menjadi karyaku selama menempuh jenjang pendidikan S1, mereka adalah :

1. Allah SWT dan Nabi Besar Muhammad SAW.
2. Bapak Sutarto dan Ibu Sarni, karena beliaulah penulis terlahir di dunia dengan segala kekurangan dan kelebihanannya, terima kasih atas kasih sayang dan doa yang senantiasa dipanjatkan untukku.
3. Adikku Sholikhah Setyaningrum dan Vivi Hafizha Nur Aini.
4. Semua orang yang dekat dan kenal dengan penulis.

## KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan segala nikmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat serta dan salam senantiasa terlimpah curahkan kepada Nabi Muhammad SAW dan para Shohabat.

Skripsi dengan judul “Preparasi Komposit  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  Dari Pasir Besi Bengkulu Dengan Menggunakan Pelarut Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) Sebagai Fotokatalis Rhodamin B” ini disusun atas dukungan dari berbagai pihak, untuk itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Prof. Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc (Hons), Ph.D., selaku Dekan FMIPA Universitas Sebelas Maret.
2. Dr. Eddy Heraldly, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
3. Edi Pramono, M.Si., selaku pembimbing I, atas bimbingan, dorongan, arahan dan ilmu yang telah diberikan.
4. Dr. Sayekti Wahyuningsih, M.Si., selaku pembimbing II, atas bimbingan, dorongan, arahan dan wawasan yang telah diberikan.
5. Dr. rer. nat. Fajar Rakhman Wibowo, M.Si. selaku pembimbing akademik yang senantiasa memberikan bimbingan serta ilmu.
6. Seluruh Dosen di jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret, atas ilmu yang telah diberikan.
7. Rekan – rekan seperjuangan *Astalin Forces* Kimia Angkatan 2011, terima kasih atas kebersamaan selama ini dalam suka maupun duka.
8. Tim riset Kimia Material Anorganik yang telah memberikan semangat, dukungan, kerja sama serta pengalaman selama penelitian.
9. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Allah SWT membalas jerih payah dan pengorbanan yang telah diberikan dengan balasan yang lebih baik. Amin.

Penulis menyadari bahwa banyak skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun



untuk menyempurnakan skripsi ini. Akhir kata, semoga karya kecil ini dapat memberikan manfaat bagi ilmu pengetahuan dan bagi pembaca.

Surakarta, Juni 2015

Khusnan Fadli Nur Ikhsan

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iii
HALAMAN ABSTRAK .....	iv
HALAMAN ABSTRACT .....	v
HALAMAN MOTTO .....	vi
PERSEMBAHAN .....	vii
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang Masalah .....	1
B. Perumusan Masalah .....	3
1. Identifikasi Masalah .....	3
2. Batasan Masalah .....	5
3. Rumusan Masalah .....	6
C. Tujuan Penelitian .....	6
D. Manfaat Penelitian .....	7
BAB II LANDASAN TEORI .....	8
A. Tinjauan Pustaka .....	8
1. Komposit $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ .....	8
2. Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) .....	9
3. Metode Pirometalurgi dan Hidrometalurgi .....	10
4. Fotokatalis .....	12
5. Rhodamin B .....	15
6. Karakterisasi .....	16







a. Difraksi Sinar X (XRD) .....	16
b. Fluoresensi Sinar X (XRF).....	18
c. Spectrofotometer UV-Vis.....	19
d. <i>Induced Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry</i> (ICP-OES) .....	20
B. Kerangka Pemikiran.....	20
C. Hipotesis .....	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	23
A. Metodologi Penelitian .....	23
B. Tempat dan Waktu Penelitian .....	23
C. Alat dan Bahan yang digunakan .....	23
1. Alat.....	23
2. Bahan.....	24
D. Prosedur Penelitian .....	25
1. Preparasi Pasir Besi.....	25
2. Pelarutan Pasir Besi Bengkulu dengan Pelarut H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	25
3. Preparasi Komposit Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub> .....	25
4. Aplikasi Degradasi Rhodamin B .....	26
E. Teknik Pengumpulan Data.....	26
F. Analisis Data .....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	28
A. Karakterisasi Pasir Besi .....	28
B. Pemanggangan Pasir Besi Bengkulu .....	29
C. Proses Pencucian Pasir Besi Hasil Pemanggangan.....	31
D. Proses Pelarutan Pasir Besi Bengkulu .....	33
E. Proses Pengendapan Komposit Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub> .....	36
F. Fotoaktivitas Komposit Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub> .....	38
BAB V PENUTUP .....	41
A. Kesimpulan .....	41
B. Saran .....	41
DAFTAR PUSTAKA .....	42

LAMPIRAN.....	47
---------------	----

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Analisis XRF konsentrat <i>ilmenite</i> .....	18
Tabel 2. Hasil Analisa XRF pasir besi Bengkulu .....	28
Tabel 3. Analisa filtrat (terlarut air) pasir besi <i>roasted</i> dengan ICP-OES .....	33
Tabel 4. Analisa ICP filtrat <i>leaching</i> pasir besi Bengkulu (pasir besi : Na <sub>2</sub> S = 1 : 2) dengan menggunakan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	35
Tabel 5. Komposisi proses pengendapan dengan NH <sub>4</sub> OH 6M untuk memperoleh komposit Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiO <sub>2</sub> . .....	37
Tabel 6. Nilai persen degradasi sampel uji pada waktu kontak penyinaran 60 menit .....	40

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1. Struktur $\text{TiO}_2$ <i>rutile</i> (a), <i>anatase</i> (b) dan <i>brookite</i> (c) (Mohamad <i>et al.</i> ,2015) .....	9
Gambar 2. Transisi elektronik $\text{TiO}_2$ dan $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Ahmed <i>et al.</i> ,2013) .....	13
Gambar 3. Spektra sinar matahari dan lampu filamen tungsten (Bashar, 1998) .....	15
Gambar 4. Struktur rhodamin B. (R. Nagaraja <i>et al.</i> , 2012).....	16
Gambar 5. Difraktogram dari Sulfat $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ (SFT) variasi temperatur kalsinasi. A – <i>anatase</i> , R – <i>rutile</i> , # - $\text{FeTiO}_3$ , F – $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , T – $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ , @ - sulfat $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dan * - $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ (Smith <i>et al.</i> 2010) .....	17
Gambar 6. Spektra UV-Vis degradasi rhodamin B dengan komposit $\text{TiO}_2/\text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan waktu kontak 20 menit (Mahadik <i>et al.</i> ,2014) .....	19
Gambar 7. Difraktogram sampel 6 (pasir besi Bengkulu: $\text{Na}_2\text{S}$ = 1:2 b/b) setelah pemanggangan pada suhu 800 °C selama 2 jam.....	29
Gambar 8. Difraktogram pasir besi hasil pemanggangan setelah pencucian dengan air mendidih pada 90 °C selama 2 jam (pasir besi: $\text{Na}_2\text{S}$ = 1:2 b/b).....	31
Gambar 9. Persentase pasir besi terlarut hasil pelarutan dengan $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Pasir besi: $\text{Na}_2\text{S}$ , ■ = 1:1 (b/b), ■ = 1:1,5 (b/b), ■ = 1:2 (b/b).....	34
Gambar 10. Difraktogram $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ hasil pengendapan dengan $\text{NH}_4\text{OH}$ dari filtrat hasil pelarutan dengan $\text{H}_2\text{SO}_4$ 7 N dengan perbandingan filtrat: $\text{NH}_4\text{OH}$ (A) 100:150 (v/v) (B) 75:175 (v/v) (C) 67:183 (v/v) (D) 50:200 (v/v) (E) 33:217 (v/v) (F) 25:225 (v/v).....	37
Gambar 11. Fotodegradasi rhodamin B dengan komposit $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ . (A)  , (B)  , (C)  , (D)  , (E)  , (F)  .....	39

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1. Bagan Prosedur Kerja.....	47
Lampiran 2. Tahap Karakterisasi .....	50
Lampiran 3. Data <i>Joint Committe Powder Diffraction Standard</i> .....	84
Lampiran 4. Perhitungan Konsentrasi Larutan $\text{H}_2\text{SO}_4$ .....	91
Lampiran 5. Tahap Uji Fotokatalitik .....	92
Lampiran 6. Data Kelarutan Pasir Besi Dengan Variasi Konsentrasi $\text{H}_2\text{SO}_4$ ..	97
Lampiran 7. Perhitungan Perbandingan $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{TiO}_2$ Dalam Filtrat <i>Leaching</i> $\text{H}_2\text{SO}_4$ .....	98